

(19)대한민국특허청(KR)  
(12) 등록특허공보(B1)

(51) Int. Cl.<sup>7</sup>  
D01F 9/08

(45) 공고일자 2003년08월25일  
(11) 등록번호 10-0395696  
(24) 등록일자 2003년08월12일

(21) 출원번호 10-2001-0031588  
(22) 출원일자 2001년06월07일

(65) 공개번호 특2002-0093180  
(43) 공개일자 2002년12월16일

(73) 특허권자 주식회사 나노테크닉스  
경기도 시흥시 정왕동 시화공단 2바 103호

(72) 발명자 김용민  
경기도고양시일산구주엽동138문촌마을1703동1001호

안경열  
충청남도금산군금산읍중도리21-18낙원APT201-204

김용진  
서울특별시구로구오류2동108-85녹지빌라106동B01호

(74) 대리인 조활래

심사관 : 오상환

(54) 탄화규소 단섬유의 제조방법

요약

본 발명은 탄화규소 단섬유의 제조방법에 관한 것으로서, 폴리카보실란을 방사하여 탄화규소 단섬유를 제조함에 있어서, 상기 폴리카보실란 용융액(방사도프)을 콜렉터(10) 상에 멜트-브로운(Melt-Blown) 방사하여 탄화규소 단섬유를 제조한 다음, 계속해서 상기 콜렉터(10) 상에서 안정화 공정과 소성 공정을 실시하는 것을 특징으로 한다. 본 발명은 엔드레스 벨트 타입의 콜렉터(10) 상에서 단섬유 형태로 안정화 공정 및 소성 공정을 실시하므로 생산성이 향상되고, 종래 필라멘트인 경우 발생하는 장력(Tension) 불균일 문제를 해소 할 수 있다. 본 발명으로 제조된 탄화규소 섬유는 산화분위기 하에서 내열성이 1200℃ 수준으로 우수하여 고온 절연품, 가스켓 또는 기계 벨트 등의 다양한 분야에 유용하다.

대표도

도 1

색인어

탄화규소섬유, 단섬유, 멜트-브로운, 장력, 웹, 생산성, 폴리카보실란

명세서

도면의 간단한 설명

도 1은 본 발명의 공정 개략도

※ 도면 중 주요부분에 대한 부호 설명

1 : 호퍼 2 : 압출기 3 : 방사구금 4 : 방사노즐

5 : 모세관(capillary) 6 : 에어젯 7 : 에어노즐 8 : 공기압축기

9 : 탄화규소 단섬유 10 : 콜렉터 11 : 석션블로우어 12 : 히터

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

본 발명의 목적은 탄화규소 단섬유(Silicon carbide staple fiber)를 보다 높은 생산성으로 제조할 수 있는 제조방법에 관한 것이다. 보다 구체적으로 본 발명은 탄화규소 단섬유의 제조공정을 간소화하고, 안정화 및 소성 공정시 장력 관리의 어려움을 해소하고, 생산성을 향상시키는 것을 목적으로 한다.

탄소섬유(carbon fiber)가 대기중 내열성이 400℃ 수준인데 반하여 탄화규소 섬유는 대기중 내열성이 1200℃ 수준으로 매우 우수하다. 그 결과, 탄화규소 섬유는 고온에서 탁월한 기계적 강도를 나타내며 고온절연품, 기계의 벨트, 가스 등의 산업부품에 있어서 탄소섬유 대체 소재로 각광 받고 있다.

탄화규소 단섬유를 제조하는 종래 기술로는 폴리카보실란(polycarbosilane)을 용융방사(300℃)하여 필라멘트 원사를 제조한 다음, 이를 일정 장력 하에서 안정화 및 소성시킨 후 커팅하여 탄화규소 단섬유를 제조하는 방법이 널리 사용되고 있다. 상기 종래 기술에 있어서, 안정화 공정은 산화성 분위기 하에서 350℃ 정도의 온도에서 실시하고 소성 공정은 불활성 분위기 하에서 1200℃ 정도의 온도에서 실시한다.

그러나, 상기 종래 기술은 탄화규소 필라멘트를 제조한 다음 이를 커팅하여 탄화규소 단섬유를 제조하기 때문에 공정이 복잡할 뿐만 아니라, 안정화 및 소성 공정에서 필라멘트의 장력을 균일하게 콘트롤 하는데 많은 어려움이 있고 생산성도 저하되는 문제가 있었다.

한편, 미국특허 제4,220,600호에서는 탄화규소 섬유 제조에 유용한 폴리카보실란의 제조방법이 기재되어 있다.

한편, 대한민국 등록특허 제264706호에는 다결정성 탄화규소섬유를 제조하는 방법이 기재되어 있고, 대한민국 공개특허 공보 제1999-13706호에는 무정형 세라믹 섬유를 산화붕소와 일산화탄소를 포함하는 불활성 대기에서 가열하여 탄화규소섬유를 제조하는 방법이 기재되어 있다.

상기 종래 기술들은 필라멘트 상의 탄화규소 섬유의 다결정화에 관한 것으로 탄화규소 단섬유를 효율적으로 생산하고자 하는 본 발명과는 현저하게 상이하다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

본 발명은 종래 기술의 문제점을 해결하기 위하여 공정이 간단하고, 생산성이 향상되며, 안정화 및 소성 공정에서 원사 장력 관리가 불필요한 탄화규소 단섬유의 제조방법을 제공하고자 한다.

발명의 구성 및 작용

이와 같은 과제를 달성하기 위한 본 발명의 탄화규소 단섬유의 제조방법은 폴리카보실란을 방사하여 탄화규소 단섬유를 제조함에 있어서, 상기 폴리카보실란 용융액(방사도프)을 콜렉터(10) 상에 멜트-브로운(Melt-Blown) 방사하여 탄화규소 단섬유를 제조한 다음, 계속해서 상기 콜렉터(10) 상에서 안정화 공정과 소성 공정을 실시하는 것을 특징으로 한다.

이하 첨부된 도면을 통하여 본 발명을 상세하게 설명한다.

먼저, 본 발명은 폴리카보실란 칩(chip)을 호퍼(1)를 통해 압출기(2)에 공급한 후, 이들을 용융시켜 방사도프를 제조한다.

다음으로, 이와 같이 제조된 방사도프(폴리머 용융액)를 방사구금(3)으로 이송하여 방사노즐(4)을 통해 에어노즐(7)로 공급되는 가열공기와 함께 콜렉터(10) 상으로 멜트-브로운(Melt-Blown) 방사한다. 구체적으로, 방사구금(3)의 양측에 형성되어 있는 에어젯(6)을 통하여 에어노즐(7)로는 공기압축기(8)와 히터(12)에서 압축 및 가열된 공기가 공급되어 방사도프와 같이 방사노즐(4)을 통해 방사된다.

상기 가열공기는 방사되는 방사도프에 전단력을 부여하여 방사되는 탄화규소 단섬유를 더욱 극세화 시키는 역할을 한다. 가열공기의 압력은 200~800KPa, 풍속은 500~2000m³/분 수준인 것이 바람직하다.

상기와 같이 멜트-브로운 방사에 의해 콜렉터(10) 상에는 탄화규소 단섬유들이 웹(WEB) 상태로 포집된다. 상기 콜렉터(10)는 엔드레스(Endless) 벨트 또는 메쉬 타입으로서, 그 일측에는 공기를 흡입하는 석션블로우어(11)가 설치되어 방사되는 탄화규소 단섬유(9)들을 흡입한다.

다음으로 콜렉터(10)에 포집된 탄화규소 단섬유들을 상기 콜렉터(10) 상에서 산화 안정화 시킨다. 구체적으로, 콜

렉터(10) 상의 탄화규소 단섬유들을 10℃/분 이하의 승온속도로 탄화규소 단섬유의 연화점 보다 10~20℃ 낮은 온도까지 승온되는 분위기 하에서 2~5시간 동안 일차 산화안정화 시키고, 다시 탄화규소 단섬유의 연화점보다 20~50℃ 높은 온도 분위기 하에서 2~5시간 동안 이차 산화안정화 시킨다. 이와 같은 산화안정화 공정은 이후 탄화공정 중 섬유가 녹는 것을 방지하기 위한 것이다. 상기 안정화 공정은 산화성 분위기 하에서 300~400℃로 실시한다.

다음으로, 안정화처리된 탄화규소 단섬유를 계속해서 N<sub>2</sub> 등의 불활성 분위기 하에서 1100~1300℃ 정도의 온도로 소성 처리하여 본 발명의 탄화규소 단섬유를 제조한다.

본 발명은 컬렉터(10) 상의 탄화규소 단섬유를 연속적으로 안정화처리 및 소성 처리하여 본 발명의 탄화규소 단섬유를 제조한다. 본 발명은 컬렉터(10) 상의 탄화규소 단섬유를 연속적으로 안정화 처리 및 소성 처리하기 때문에, 상기 공정 중에 원사 장력을 특별하게 관리 할 필요가 없어지는 장점이 있고, 생산성도 향상된다. 아울러, 필라멘트 상태로 안정화 및 소성 처리하는 종래기술과 비교시 커팅공정 등이 생략되어 공정이 간소화 된다.

이하, 실시예 및 비교실시예를 통하여 본 발명을 더욱 구체적으로 살펴 본다. 그러나, 본 발명이 하기 실시예에만 한정되는 것은 아니다.

#### 실시예 1

폴리카보실란 칩(chip)을 호퍼(1)를 통해 압출기(2)에 공급한 후 이들을 290℃에서 용융시켜 방사도프를 제조하였다. 계속해서, 상기 방사도프를 방사구금(3)으로 이송하여 방사노즐(4)을 통해 에어노즐(7)로 공급되는 가열공기와 함께 엔드레스 벨트 타입의 컬렉터(10) 상으로 멜트-브라운 방사하여 탄화규소 단섬유 웹을 제조 하였다. 이때 에어노즐(7)로는 압력이 400KPa인 가열공기를 100m<sup>3</sup>/분의 풍속으로 공급 하였다. 다음으로, 컬렉터(10) 상의 탄화규소 단섬유 웹을 280℃까지 10℃/분의 승온속도로 승온시키면서 산화성 분위기 하에서 1차 안정화 시킨 후, 계속해서 350℃의 산화성 분위기 하에서 4시간 동안 2차 안정화 시켰다. 다음으로, 안정화 처리된 컬렉터(10) 상의 탄화규소 단섬유 웹을 N<sub>2</sub> 분위기 하에서 1150℃로 소성처리하여 탄화규소 단섬유를 제조 하였다.

#### 비교실시예 1

폴리카보실란 칩(chip)을 호퍼(1)를 통해 압출기(2)에 공급한 후 이들을 290℃에서 용융시켜 방사도프를 제조하였다. 계속해서, 상기 방사도프를 방사구금(3)으로 이송하여 방사노즐(4)을 통해 용융방사하여 이를 보빈상에 권취하여 탄화규소 필라멘트를 제조 하였다. 다음으로, 상기 탄화규소 필라멘트를 균일한 장력으로 연속해서 안정화 장치 내로 통과 시키면서 280℃까지 10℃/분의 승온속도로 승온시키면서 산화성 분위기 하에서 1차 안정화 시킨 후, 계속해서 350℃의 산화성 분위기 하에서 4시간 동안 2차 안정화 시켰다. 다음으로, 안정화 처리된 탄화규소 필라멘트를 균일한 장력으로 연속해서 소성 장치 내로 통과시키면서 N<sub>2</sub> 분위기 하에서 1150℃로 소성처리하여 탄화규소 필라멘트를 제조 하였다. 이와 같이 제조된 탄화규소 필라멘트를 커팅하여 탄화규소 단섬유를 제조 하였다.

상기 실시예 1은 비교실시예 1에 비하여 커팅공정이 생략되어 공정이 간소화 되었고 생산성도 20% 이상 향상 되었다. 또한 비교실시예 1의 경우에는 안정화 및 소성 공정시 필라멘트의 장력을 균일하게 관리하는데 많은 어려움이 있었다.

#### 발명의 효과

본 발명은 탄화규소 단섬유의 제조공정이 간소화 되고, 생산성이 향상되며, 장력관리 공정 등이 용이하게 되는 효과가 있다.

#### (57) 청구의 범위

##### 청구항 1.

폴리카보실란을 방사하여 탄화규소 단섬유를 제조함에 있어서, 상기 폴리카보실란 용융액(방사도프)을 컬렉터(10) 상에 멜트-브라운(Melt-Blown) 방사하여 탄화규소 단섬유를 제조한 다음, 계속해서 상기 컬렉터(10) 상에서 안정화 공정과 소성 공정을 실시하는 것을 특징으로 하는 탄화규소 단섬유의 제조방법.

##### 청구항 2.

1항에 있어서, 컬렉터(10)가 엔드레스 벨트(Endless Belt) 타입인 것을 특징으로 하는 탄화규소 단섬유의 제조방법.

##### 청구항 3.

1항에 있어서, 안정화 공정을 산화성 분위기 하에서 300~400℃로 실시하는 것을 특징으로 하는 탄화규소 단섬유의 제조방법.

##### 청구항 4.

1항에 있어서, 소성 공정을 불활성 분위기 하에서 1100~1300℃로 실시하는 것을 특징으로 하는 탄화규소 단섬유의 제조방법.

도면

도면1

